

List & Copies of Prior Art to
Japanese Patent Application No. 2000-107519(2000)

Prior Publications

- (1) Japanese patent laid-open No. 6-13780 (1994)
- (2) Japanese patent laid-open No. 1-160092 (1989)
- (3) Japanese patent laid-open No. 1-298101 (1989)
- (4) Japanese patent laid-open No. 9-111421 (1997)
- (5) Japanese patent laid-open No. 11-16727 (1999)
- (6) Japanese patent laid-open No. 9-181476 (1997)
- (7) Japanese patent laid-open No. 11-87117 (1999)
- (8) Japanese patent laid-open No. 5-251888 (1993)
- (9) Japanese patent laid-open No. 11-354973 (1999)
- (10) Japanese patent laid-open No. 7-212079 (1995)
- (11) Japanese patent laid-open No. 9-74298 (1997)

503.39984X00



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): FUJIEDA, et al

Serial No.:

Filed: April 9, 2001

Title: ELECTROMAGNETIC WAVE ABSORBER, METHOD OF
MANUFACTURING THE SAME AND APPLIANCE USING
THE SAME

Group:

LETTER CLAIMING RIGHT OF PRIORITY

Honorable Commissioner of
Patents and Trademarks
Washington, D.C. 20231

April 9, 2001

Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55, the
applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on
Japanese Patent Application No.(s) 2000-107519, filed April
10, 2000.

A certified copy of said Japanese Application is
attached.

Respectfully submitted,

ANTONELLI, TERRY, STOUT & KRAUS, LLP

Melvin Kraus
Registration No. 22,466

MK/alb
Attachment
(703)312-6600

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JC978 U.S. PTO
09/828150
04/09/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2000年 4月10日

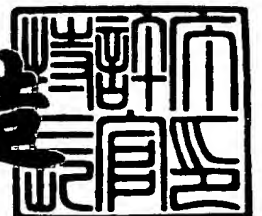
出 願 番 号
Application Number: 特願2000-107519

出 願 人
Applicant (s): 株式会社日立製作所

2001年 3月23日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3023403

【書類名】 特許願

【整理番号】 J4749

【提出日】 平成12年 4月10日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H05K 9/00

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 藤枝 正

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 池田 伸三

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 小川 宰

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 阿部 輝宜

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目1番1号
株式会社 日立製作所 日立研究所内

【氏名】 青野 泰久

【特許出願人】

【識別番号】 000005108

【氏名又は名称】 株式会社 日立製作所

【代理人】

【識別番号】 100074631

【弁理士】

【氏名又は名称】 高田 幸彦

【電話番号】 0294-24-4406

【選任した代理人】

【識別番号】 100083389

【弁理士】

【氏名又は名称】 竹ノ内 勝

【電話番号】 0294-24-4406

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 033123

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電波吸収材とその製造方法及び複合部材

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

複数の磁性金属粒子と体積比で 20%以上のセラミックスとが一体となった粒径 10 μ m 以下の複合磁性粒子を有することを特徴とする電波吸収材。

【請求項 2】

複数の微細な磁性金属粒子がセラミックスによって囲まれて一体となった複合磁性粒子を有することを特徴とする電波吸収材。

【請求項 3】

磁性金属粒子内に棒状のセラミックスが埋め込められて一体となった複合磁性粒子を有することを特徴とする電波吸収材。

【請求項 4】

前記磁性金属が鉄、コバルト、ニッケルのうちの少なくとも一つであり、前記セラミックスが鉄、アルミニウム、シリコン、コバルトまたはニッケルの酸化物、窒化物及び炭化物のうちの少なくとも一つであることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の電波吸収材。

【請求項 5】

前記セラミックスが前記複合磁性粒子表面に粒子状で一体に結合していることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載の電波吸収材。

【請求項 6】

前記複合磁性粒子はその平均結晶粒径が 50nm 以下であることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の電波吸収材。

【請求項 7】

請求項 1～6 のいずれかに記載の複合磁性粒子が、該複合磁性粒子よりも高電気抵抗率を有する材料に分散していることを特徴とする電波吸収材。

【請求項 8】

請求項 7 に記載の高電気抵抗率を有する材料が樹脂、絶縁塗料及びセラミックス焼結体のいずれかであることを特徴とする電波吸収材。

【請求項 9】

磁性金属粉末とセラミックス粉末とをメカニカルアロイング法により複数の磁性金属粒子と体積比で 20%以上のセラミックスとが一体となった複合磁性粒子を形成することを特徴とする電波吸収材の製造法。

【請求項 10】

磁性金属粉末とセラミックス粉末とを有する複合粉末を、前記金属粉末の粒径より大きく、前記複合粉末の量より多い量の金属製ボール又はセラミックス製ボールを用いたメカニカルアロイング法により微細な複数の磁性金属粒子とセラミックスとが混合した一体となった複合磁性粒子に形成することを特徴とする電波吸収材の製造法。

【請求項 11】

複数の磁性金属粒子と体積比で 20%以上のセラミックスとが一体となった粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の複合磁性粒子、複数の微細な磁性金属粒子がセラミックスによって囲まれて一体となった複合磁性粒子、及び磁性金属粒子内に棒状のセラミックスが埋め込められて一体となった複合磁性粒子のいずれかを有することを特徴とする複合部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規な電波吸収体とその製造方法及び複合部材に係り、磁性金属粒子とセラミックス、特に非磁性あるいは軟磁性の金属酸化物、炭化物、窒化物の少なくとも 1 種類を含む微細結晶粒からなる複合磁性粒子を有する電波吸収材とその製造法及び複合部材に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、GHz帯の電波の利用は急速に進み、例えば、PCのクロック周波数では500MHzにもなっており、その高調波成分ノイズは4GHzに達する。また、通信分野では、次世代マルチメディア移動通信(2GHz)、無線LAN(2~30GHz)、ITS(Intelligent Transport Syssem)の分野ではETS(自動料金収受システム)における5.8GHz

、AHS（走行支援道路システム）における76GHzなどが利用されており、今後、高周波利用範囲は更に急速に拡大してゆくことが予想される。

【0003】

ところで、電波の周波数が上昇すれば、ノイズとして放射し易くなる反面、最近の電子機器の低消費電力化によるノイズマージン低下により、デジタル回路のアナログ化によるイミュニティ（ノイズ耐性）低下および電子機器の小型化、高密度化の流れにより、機器内部のノイズ環境が悪化し、EMI(Electro-Magnetic Interference)による誤動作が問題になってきている。

【0004】

そこで、電子機器内部でのEMIを低減させるために、電子機器内部に電波吸収体を配置するなどの対策がとられている。従来、GHz帯用電波吸収体としては、ゴムや樹脂などの電気的絶縁性有機物と軟磁性金属酸化物材料や軟磁性金属材料などの磁性損失材料とを複合化してシート状にしたものが主に使用されている。

【0005】

一般に電子情報通信機器用の電波吸収体に求められる特性として、①反射減衰量が多い（反射係数が小さい）、②電波を吸収できる帯域が広い、③薄い、が挙げられる。しかしながら、これらの特性を全て満足するような電波吸収体は実現されていない。

【0006】

ここで、①を達成するためには、吸収体表面での電波反射量を小さくする必要があり、これには、物体の特性インピーダンス値 $\sqrt{(\mu_r/\epsilon_r)}$ を自由空間のそれ $\sqrt{(\mu_0/\epsilon_0)}$ に近づけることである。しかし、 $\mu_r(=\mu_r'+j\mu_r'')$ ：複素比透磁率、 $\epsilon_r(=\epsilon_r'+j\epsilon_r'')$ ：複素比誘電率であり、 μ_0 、 ϵ_0 は自由空間の透磁率および誘電率である。②を達成させるためには、特に磁性損失材料の場合は、 μ_r' と μ_r'' と一定の関係を保ちながら周波数に対して、緩やかに単調減少することが条件である。③の吸収体の薄型化を達成するためには、物体内部における電波の減衰量を大きくする必要があり、これには、物体の伝播定数 $(\gamma=2\pi f(\mu_r \cdot \epsilon_r)^{0.5})$ の実数部が大きいこと、すなわち所望の周波数における複素比透磁率及び複素比誘電率の値を大きくすることである。但し、複素比誘電率の値が大きくなる

ほど、自由空間とのインピーダンス整合はとりにくくなる。

【 0 0 0 7 】

電波吸収材料として実績のあるスピネル結晶構造の軟磁性金属酸化物材料は、電気抵抗率が軟磁性金属材料と比較して著しく高いため、渦電流による反射は小さいものの、GHz帯では透磁率が急激に減少するために、電磁波を良好に吸収するためにはかなりの厚さが必要となってくる。

【 0 0 0 8 】

一方、軟磁性金属材料については、比透磁率が極めて高いので、薄型電波吸収体を実現できる可能性があるが、電気抵抗率が低いため、高周波数領域では渦電流損による比透磁率の著しい低下および複素比誘電率虚数部の著しい上昇に伴い、反射が大きくなり、電波吸収体として成立しなくなる。

【 0 0 0 9 】

このような問題点を解決するために、特開平9-181476において、強磁性超微結晶金属相を金属酸化物相中に分散した形態のヘテログラニューラー構造の超微結晶磁性膜を高周波数領域での電波吸収体として利用することが提案されている。このような磁性膜の特徴としては、強磁性超微結晶による軟磁性と金属酸化物相による高電気抵抗率とを実現し、これによって渦電流損失を低減して高周波数領域での高透磁率化を実現できる。

【 0 0 1 0 】

しかし、この電波吸収体の製造方法としては、軟磁性金属及び酸素、窒素、炭素とこれらに対し親和性の高い金属酸化物相構成元素とを同時にスパッタして、これら元素を含むアモルファス膜を有機フィルムなどの基板上に成膜し、この膜を熱処理することで金属酸化物相中に強磁性超微結晶を生成させて、2相構造とするものである。しかし、大掛かりな成膜装置が必要であるため、コスト的な問題、さらには、薄膜構造であるため、適用個所にも制限がある。

【 0 0 1 1 】

また、特開平9-111421において、高透磁率アモルファス合金をその結晶化温度以上で酸素ガス、窒素ガスおよびアンモニアガスのうち少なくとも一種を含有する雰囲気中で熱処理することにより、高透磁率合金よりなる結晶粒と結晶粒の周

囲に酸化物あるいは窒化物を形成させることにより高周波領域で高電気抵抗化を図った線輪部品用磁性材料が提案されている。

【 0 0 1 2 】

更に、特開平11-16727において、強磁性を有する鉄と磁性を有するニッケルフェライトからなり、強磁性相中に磁性相または磁性中に強磁性相の分散あるいは強磁性相と磁性相が多層に積層された構造からなる高周波磁気素子用の磁性薄膜が提案されている。しかし、これらの電波吸収体として利用することは提案されていない。

【 0 0 1 3 】

又、特開平9-74298号公報にはセラミックスと磁性粒子とを窒化珪素ボールを用いてボールミル混合後焼結した電磁波シールド材が提案されている。しかし、この公報には電波吸収体は提案されていない

【 0 0 1 4 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、高周波数領域における電波吸収特性に優れ、生産工程の少ない電波吸収材とその製造法及び複合部材を提供することにある。

【 0 0 1 5 】

【課題を解決するための手段】

本発明は、複数の磁性金属粒子と体積比で20%以上のセラミックスとが一体となった粒径10 μ m以下、好ましくは5 μ m以下の複合磁性粒子を形成していること、複数の微細な磁性金属粒子がセラミックスによって囲まれて一体となった複合磁性粒子を有すること、更に磁性金属粒子内に棒状のセラミックスが埋め込められて一体となった複合磁性粒子を有し、大半は磁性金属粒子を囲むように形成されていることを特徴とする電波吸収材にある。

【 0 0 1 6 】

即ち、本発明は、好ましくは粒径0.1 μ m以下の微細な多数の磁性金属粒子、及び20体積%以上、好ましくは20～70体積%のセラミックスとが一体となった複合磁性粒子をことを特徴とする電波吸収材にある。特に、磁性金属とセラミックスとは、一つの粒子内で互いに層状に形成されており、磁性金属は粒径

の大半が100nm以下の複雑な形状の粒子となっており、その周りをセラミックスが囲む様子を有するものである。その複雑な形状の粒子は粒径が20nm以下の微細な粒子が集合して出来たものである。又、セラミックスはほとんどが磁性粒子を囲むように形成され、棒状に少量形成されている。

【0017】

前記磁性金属が鉄、コバルト、ニッケルのうちの少なくとも一つであること、前記セラミックスが鉄、アルミニウム、シリコンまたは銅の酸化物、窒化物及び炭化物のうちの少なくとも一つであること、前記セラミックス粒子が前記複合磁性粒子表面に一体に結合していること、及び前記セラミックス粒子の大部分が前記磁性金属粒子の結晶粒内及び粒界に存在することのいずれかであることが好ましい。前記磁性金属は軟磁性金属が好ましい。

【0018】

又、本発明は、金属酸化物等のセラミックス粒子が軟磁性超微細結晶の磁性金属粒子内にnmオーダーで微細に一体に埋め込まれて混在する複合磁性粒子であり、軟磁性金属を微細結晶粒化することによる高透磁率化、及び超微細なセラミックス粒子を分散させることによる高電気抵抗率化を同時に実現させることにより、高周波数領域においても高透磁率化を維持させると共に、優れた吸収特性を有するものである。

【0019】

更に、複合磁性粒子は、軟磁性金属相と金属酸化物相が交互に積層化された形態をとるため、軟磁性金属相幅が表皮深さ以下となり、実質、表皮深さ以下の厚みの軟磁性金属粉を分散させたのと同じ効果があるため、渦電流が低減され、電波を効率良く取り込むことができる。さらに、金属酸化物相と強磁性超微細結晶金属相との混合比率および組み合わせを変化させることにより、電波吸収特性に関わるパラメータである複素比透磁率、複素比誘電率を比較的自由に制御できるため、目的の周波数帯域で良好な電波吸収特性を得ることができる。

【0020】

なお、添加するセラミック粒子の混合割合であるが、軟磁性金属粒子に対するセラミックスの体積混合割合が20体積%未満では、電気抵抗率が十分向上しない

。また、特に非磁性セラミックスの体積混合割合が80体積%以上では、複合磁性粒子の透磁率が低下しすぎて、電波吸収特性が劣化する。これらより、軟磁性金属粒子に対するセラミックスの体積混合割合は、30～60体積%が好ましい。

【0021】

本発明は、磁性金属粉末とセラミックス粉末とをメカニカルアロイング法により互いに超微細な状態に混合して一体化するものであり、複数の磁性金属粒子と体積比で20%以上のセラミックスとが一体となった複合磁性粒子を形成すること、又 磁性金属粉末とセラミックス粉末とを有する複合粉末を、前記金属粉末の粒径より大きく、前記複合粉末の量より多い量、好ましくは重量で複合粉末1に対して50～100の割合の金属製ボール又はセラミックス製ボールを容器に入れて、高速で回転する、好ましくは1500～3000rpmで回転する方法による強力なエネルギーを粉末に与えることによって互いに超微細な状態に混合して一体化するいわゆる一般に言われているメカニカルアロイング法によるものであり、微細な複数の磁性金属粒子とセラミックスとが混合した一体となった複合磁性粒子を形成することを特徴とする電波吸収材の製造法にある。

【0022】

即ち、本発明は、磁性金属粉末とセラミックス粉末とを有する複合粉末を一般に言われているメカニカルアロイング法により互いに超微細な状態に混合して一体化するものであり、一般に合金化と言われるものであり、超微細な磁性金属粒子とセラミックス粒子とをの20%以上を分散させた複合磁性粒子を形成することを特徴とする電波吸収材の製造法にある。この様な状態にすることにより、高い電気抵抗と磁気特性が得られるので、高い電波吸収性が得られるものである。

【0023】

本発明は、前述のいずれかに記載の複合磁性粒子がそれよりも高電気抵抗率を有する材料、特に、樹脂、絶縁塗料又はセラミックス焼結体に好ましくは20～70重量%が分散していることを特徴とする電波吸収材にある。ここで、複合磁性粒子をそれよりも高電気抵抗率を有する材料に分散させる理由は、複合磁性粒子単独の電気抵抗率が電波吸収体として成立するのには十分小さくないためであること、更には、複合磁性粒子の混合割合を変化させることにより、電波吸収体

の設計自由度が増すためである。このような観点から、複合磁性材が薄膜形状よりも粒子形状で有る方が好ましいと言える。

【 0 0 2 4 】

以上より、これらの複合磁性粒子からなる本発明の電波吸収材は、樹脂封止型半導体パッケージの封止樹脂中に混合して、半導体素子レベルでの輻射ノイズを抑止したり、樹脂製電子回路基板や金属酸化物よりなるセラミックス製電子回路基板中に混合することによって基板自体で発生する電磁波を吸収すること、あるいは樹脂製電子機器筐体に混合したり、金属製電子機器筐体内面に絶縁塗料とともに塗布することによって内部干渉を抑止するなど幅広い用途に用いることが出来る。

【 0 0 2 5 】

複数の磁性金属粒子と体積比で 2 0 % 以上のセラミックスとが一体となった粒径 1 0 μ m 以下の複合磁性粒子、複数の微細な磁性金属粒子がセラミックスによって囲まれて一体となった複合磁性粒子、及び磁性金属粒子内に棒状のセラミックスが埋め込められて一体となった複合磁性粒子のいずれかを有することを特徴とする複合部材。

【 0 0 2 6 】

本発明は、複数の磁性金属粒子と体積比で 2 0 % 以上のセラミックスとが一体となった粒径 1 0 μ m 以下の複合磁性粒子、複数の微細な磁性金属粒子がセラミックスによって囲まれて一体となった複合磁性粒子、及び磁性金属粒子内に棒状のセラミックスが埋め込められて一体となった複合磁性粒子のいずれか又はこれらの組み合わせを有することを特徴とする複合部材にある。この複合部材は前述と同様の方法で製造することが出来る。

【 0 0 2 7 】

【発明の実施の形態】

（実施例 1）

粒径 1-5 μ m の Fe 粉 5 0 vol % と平均粒径 0.3 μ m の SiO₂ 粒子 5 0 vol % の混合粉末と SUS410 製ボール（粒径：9.5mm）を重量比にして粉末：ボール＝1：80 で SUS 製の容器と一緒に入れ、アルゴンガスを封入して、回転数：200rpm で 100 時間、MA

(メカニカルアロイング) 処理を行った。MA後の複合粒子の形状は複雑な形状を有する不定形であり、平均粒径は数十 μm であった。

【0028】

図1は複合磁性粒子をTEM観察したTEM組織写真である。写真の黒い部分のFeの結晶粒径は約10nm程度であり、その複合磁性粒子は複雑な形状を有し、粒径100nm以下のFe粒子を囲む様に白い部分のSi酸化物が網目状に形成していた。そのFe粒子は粒径が20nm以下の微細なものが独立又、複雑な形状のFe粒子となってその粒径より大きく形成されているものはそれらが集合して形成されているものである。又、Si酸化物がFe結晶粒界に分散しており、Fe粒子とSi酸化物とが互いに層状に形成されていた。更に、Si酸化物は棒状にも形成され、直径0.05 μm 以下、長さ0.1~0.5 μm のものが1 μm 平方当たり10~20個程度形成されていた

また、MA後、この複合粒子を真空中(真空度: 10^{-6} Torr以上)で温度500℃、1時間のアニールを施した。その後、この複合粒子をエポキシ樹脂に対して、体積比にして50%を混練し、室温でタブレット状に加圧成形し、さらに、そのタブレットを180℃、210kgfで一軸加圧し、硬化させた。その後、機械加工、研磨により、外形:7-0.05mm、内径:3.04+0.06mm、厚さ:2mm、4mmのトロイダル形状に仕上げた。

【0029】

ネットワークアナライザー(HP製8720C)と同軸エアラインから構成される測定系により、試料の複素比誘電率、複素比透磁率を測定する場合には、自由空間の透磁率、誘電率が1となるように校正した後、同軸エアラインに試料を挿入し、2つのポートを使用してS11、S21の2つのパラメータを測定し、それから計算により複素比誘電率、複素比透磁率を求めた。

【0030】

また、試料の反射特性は、自由空間の反射係数が0になるように校正した後、試料を同軸エアラインに挿入し、試料の終端を金属面で短絡し、S11を測定し、反射係数を計算した。なお、測定周波数は50MHz~20GHzである。

【0031】

軟磁性金属粒子内に絶縁性金属酸化物粒子を分散した複合磁性粒子の効果をみるために、本発明の方法により製造したFe-50vol%SiO₂複合磁性粒子及び、Fe粉とSiO₂粉を別々に前記MA処理と同条件でメカニカルミリング処理後、アニールした各粉末を単にVミキサーにより混合したものをエポキシ樹脂と複合化したものの複素比透磁率、複素比誘電率および反射係数の周波数特性を測定し、比較した結果を図2～図4に示す。

【0032】

図2より、高周波領域では、単にFe粉とSiO₂粉とをVミキサーにより混合した場合よりも複合化した方が、複素比透磁率の実数部および虚数部ともに上昇しているのがわかる。

【0033】

図3より、複素比誘電率の実数部および虚数部ともに、複合化により若干低下しており、自由空間とのインピーダンス整合がとりやすくなっているのがわかる。

【0034】

図4は試料厚さ1.8mmの場合の反射係数の周波数特性であり、反射係数は複合粒子の方が小さく、また中心周波数（最も反射係数が小さくなる周波数）は複合粒子の方が低周波数側にある。さらに、反射係数-10dB以下を満足する周波数帯域幅は、複合粒子の方が広がっている。

【0035】

これらの結果より、軟磁性金属粉と絶縁性金属酸化物をナノスケールで複合化した方が、単に2種類の粉末を混合した場合に比べ、電波吸収特性は向上しているのがわかる。

【0036】

（実施例2）

粒径1～5 μ mのFe粉と平均粒径0.7 μ mの(Ni-Zn-Cu)Fe₂O₄又は(Mn-Zn)Fe₂O₄などの軟磁性金属酸化物粉との混合粉末（体積比で50:50）とSUS410製ボール（粒径95mm）を重量比にして粉末：ボール＝1:80でSUS製のポットに一緒に入れ、アルゴンガスを封入して、回転数：200rpmで100時間、MA（メカニカルアロイング）

処理を行った。MA後の複合磁性粒子の形状は不定形であり、平均粒径は数 $10\mu\text{m}$ であった。また、この複合磁性粒子をTEM観察した結果実施例1と同様であり、Feの結晶粒径は約 10nm 程度であり、その結晶粒界に軟磁性金属酸化物の成分を含む酸化物が網目状に微細分散していた。この複合粒子を真空中(真空度： 10^{-6}Tor r以上)で温度 500°C 、1時間のアニールを施した。複合磁性粒子は実施例1と同様の組織を示していた。

【0037】

軟磁性金属粉と軟磁性金属酸化物粉を複合化した効果をみるために、本発明の複合粒子及び、Fe粉と軟磁性金属酸化物粉を別々に前述のMA処理と同条件でメカニカルミリング処理後、アニールした各粉末を単にVミキサーにより混合したものをエポキシ樹脂と複合化したものの各特性の各特性を測定し、比較した結果、実施例1と同様な効果が認められた。

【0038】

(実施例3)

粒径 $1\sim 5\mu\text{m}$ のFe粉と平均粒径 $1.0\mu\text{m}$ のSi粉とを体積比にして50:50で混合した粉末に前述と同じステンレス製ボールを重量比にして1:80でステンレス製のポットと一緒に入れ、酸素ガス($\text{Ar}:\text{O}_2=4:1$)を封入して、回転数： 200rpm で100時間、メカニカルアロイング(MA)処理を行った。MA後の複合粉末の形状は不定形であり、平均粒径は $5.0\mu\text{m}$ であった。また、この複合磁性粒子をTEM観察した結果、Feの結晶粒径は約 10nm 程度であり、その結晶粒界にはSi酸化物が網目状に微細分散し、更に棒状のSi酸化物が分散していた。さらに、X線回折の結果、Fe酸化物(Fe_2O_3 , Fe_3O_4)の存在も確認された。前記方法と同様にこの複合粒子をエポキシ樹脂に混合したものの各種特性を測定した結果、実施例1の方法で製造した複合磁性粒子とほぼ同様な組織及び特性が得られた。

【0039】

(実施例4)

実施例1～3によって得た複合磁性粒子の粒子表面に電気抵抗率の高い非磁性又は磁性酸化物をコーティングした。コーティング法として表面酸化法又は機械的複合法により行った。

【 0 0 4 0 】

表面酸化法として、複合粒子の製造工程におけるアニール時の雰囲気を大気又は酸素とすることにより、主に粒子表面に Fe_3O_4 などの酸化物が生成しているのが、X線回折により確認された。

【 0 0 4 1 】

又、機械的複合法として、せん断型ミルの一つであるメカノフュージョン法を採用した。具体的には、ホスト粒子として複合磁性粒子（平均粒径： $10\mu\text{m}$ ）、ゲスト粒子として SiO_2 （平均粒径： $0.016\mu\text{m}$ ）又は $(\text{Ni}-\text{Zn}-\text{Cu})\text{Fe}_2\text{O}_4$ （平均粒径： $0.5\mu\text{m}$ ）をもちいた。これらのホスト粒子とゲスト粒子を体積比で 2 : 3 で混合し、メカノフュージョン装置に投入した。メカノフュージョン条件として、真空中、回転数： 1000rpm 、処理時間：3 時間とした。その結果、複合磁性粒子表面にはゲスト粒子で構成される厚さ約 $1.0\mu\text{m}$ の比較的緻密な酸化物層がコーティングされているのが、SEM 観察により確認された。

【 0 0 4 2 】

【発明の効果】

本発明によれば、磁性金属と非磁性あるいは磁性セラミックスとが各々超微細に分散して一体に形成させた複合磁性粒子から構成される電波吸収体は、単なる混合粉から構成される電波吸収体に比べ、優れた電波吸収特性を有する顕著な効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の $\text{Fe}-\text{SiO}_2$ 磁性複合粒子の断面の顕微鏡写真（TEM 写真）である。

【図 2】

本発明の磁性複合粒子と比較の混合粉のものの透磁率の周波数特性測定結果を示す線図である。

【図 3】

本発明の磁性複合粒子と比較の混合粉のものの誘電率の周波数特性測定結果を示す線図である。

【図 4】

本発明の磁性複合粒子と比較の混合粉のものの反射係数の周波数特性測定結果を示す線図である。

【書類名】

図面

BEST AVAILABLE COPY

【図 1】

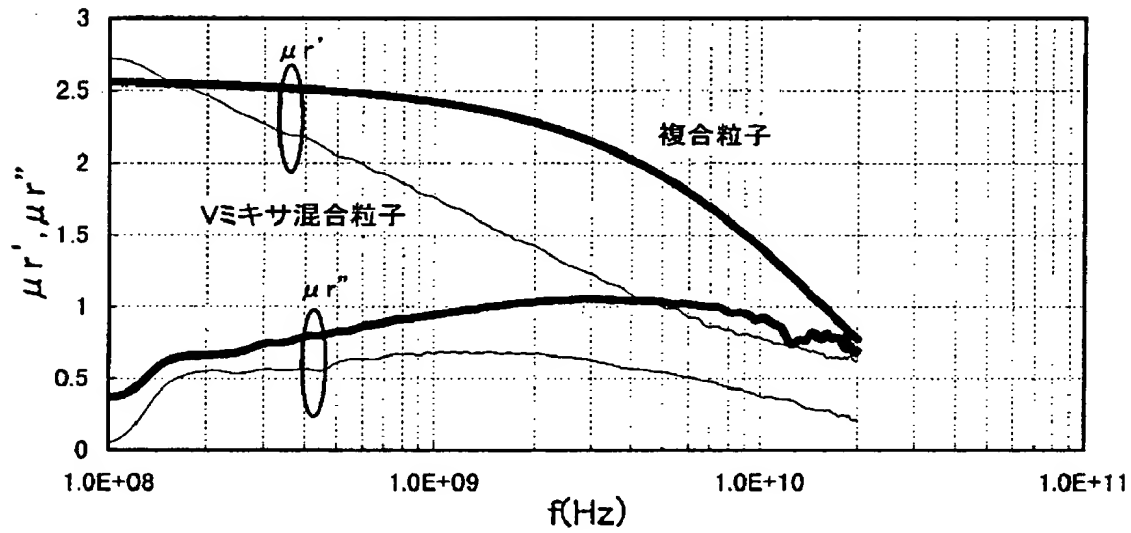
図 1



50nm

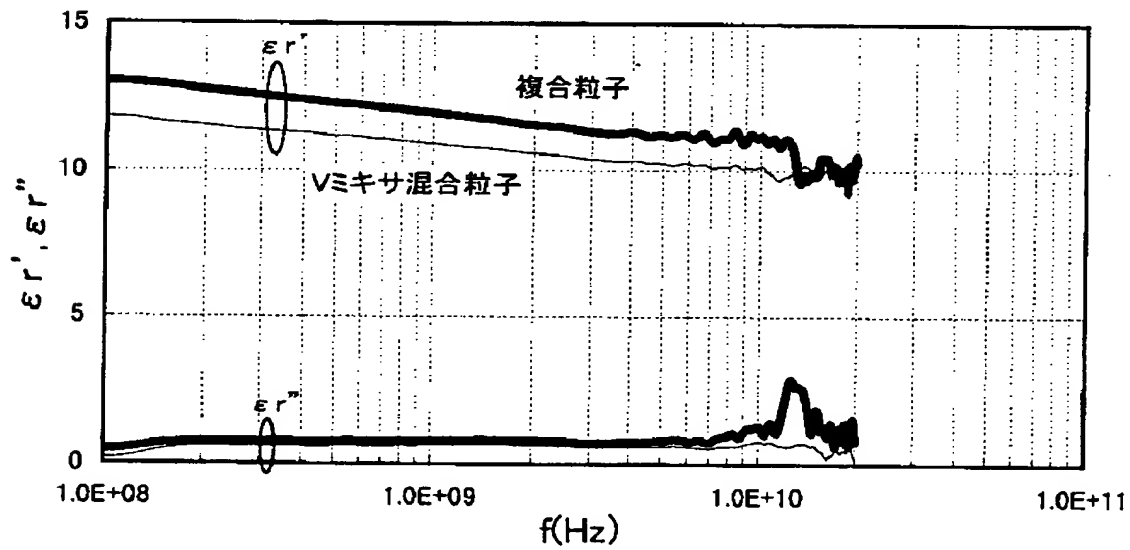
【図 2】

図 2



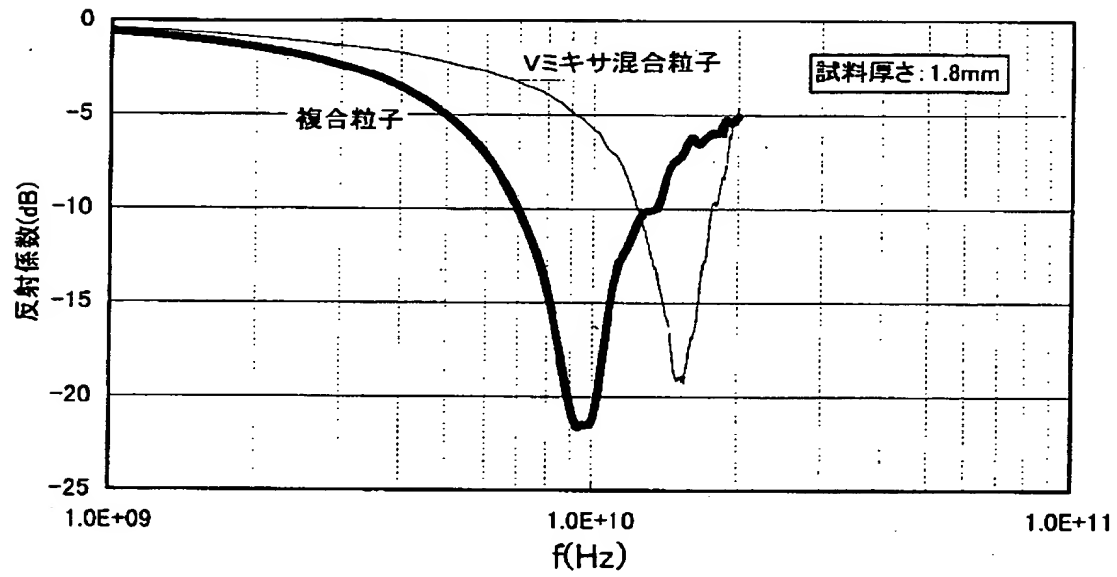
【図 3】

図 3



【図 4】

図 4



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

本発明の目的は、1 GHz以上の高周波領域における電波吸収特性に優れた電波吸収材とその製造法及び複合部材を提供する。

【解決手段】

本発明は、磁性金属粒子を体積比で20%以上のセラミックスによって覆われた複合磁性粒子を有することを特徴とする電波吸収材又は複合部材にある。

また、本発明は、磁性金属粉末とセラミックス粉末とを有する複合粉末をメカニカルアロイング法により、複数の磁性金属粒子とセラミックスとを一体の複合磁性粒子に形成することを特徴とする電波吸収材又は複合部材の製造法にある。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005108]

1. 変更年月日	1990年 8月31日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地
氏 名	株式会社日立製作所